



⑫

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑺ Anmeldenummer: 83107855.5

⑤① Int. Cl.<sup>3</sup>: **F 17 C 5/00**

⑺ Anmeldetag: 09.08.83

③① Priorität: 11.08.82 DE 3229921

⑦① Anmelder: **Linde Aktiengesellschaft,**  
**Abraham-Lincoln-Strasse 21, D-6200 Wiesbaden (DE)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: 21.03.84  
Patentblatt 84/12

⑦② Erfinder: **Melnass, Helmut, Dipl.-Ing.,**  
**Dompfaffenweg 121, D-8192 Geretsried (DE)**

⑧④ Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH DE FR GB IT LI NL**  
**SE**

⑦④ Vertreter: **Schaefer, Gerhard, Dr., Linde**  
**Aktiengesellschaft Zentrale Patentabteilung,**  
**D-8023 Höllriegelkreuth (DE)**

⑤④ Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel.

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel für das Acetylen. Dabei wird allen mit Acetylen gefüllten Flaschen gleichzeitig Hilfsgas, das im Lösungsmittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich ist, zugeführt. Allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten Flaschen wird anschließend gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt. Um die aufgrund unterschiedlicher Fehlmengen verschiedenen Lösungsmittelinhalte der einzelnen Flaschen besser aneinander angleichen zu können sowie um den Hilfsgasverbrauch zu senken, wird vorgeschlagen, die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur zu bringen.

1

5

10

Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von  
mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen  
mit Lösungsmittel

15 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum gleichzeitigen  
Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit  
Lösungsmittel für das Acetylen, bei dem allen mit Acetylen  
gefüllten Flaschen gleichzeitig ein Hilfsgas, das im Lösungs-  
mittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich ist, und  
20 allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten Flaschen  
gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt wird.

Ein derartiges Verfahren ist durch die DE-OS 27 47 106 be-  
kannt. Nach diesem Verfahren werden die zu Bündeln zusam-  
25 mengefaßten Flaschen zunächst mit Acetylen gefüllt. Dieser  
Vorgang nimmt mehrere Stunden in Anspruch. Das Nachfüllen  
der erforderlichen Lösungsmittelmenge, die bei der dem Ace-  
tylenfüllprozeß vorangegangenen Acetylenentnahme in Dampf-  
form aus den Flaschen entwichen ist, erfolgt nach einer  
30 längeren Pause, z.B. am Tag nach der Acetylenbefüllung.

Es ist nun festgestellt worden, daß mit dem bekannten  
Verfahren die Fehlmengen an Lösungsmittel in jeder Fla-  
sche nicht vollständig ergänzt werden können, so daß der  
35 tatsächliche Lösungsmittelinhalt jeder Flasche nach dem

1 Nachfüllen des Lösungsmittels stets mehr oder weniger vom  
Lösungsmittelinhalt der übrigen Flaschen abweicht. Außer-  
dem ist zur Durchführung des bekannten Verfahrens eine rela-  
tiv große Menge an Hilfsgas erforderlich.

5

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Ver-  
fahren der eingangs beschriebenen Art anzugeben, mit dem  
die aufgrund unterschiedlicher Fehlmengen verschiedenen  
Lösungsmittelinhalt der einzelnen Flaschen besser aneinan-  
10 der angeglichen werden können und das einen im Vergleich  
zum bekannten Verfahren geringeren Hilfsgasverbrauch hat.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß  
die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des  
15 Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Tempe-  
ratur gebracht werden.

Im Unterschied zum konventionellen Verfahren, bei dem das  
Hilfsgas bei Umgebungstemperatur in die Flaschen gefüllt  
20 worden ist, wird das Hilfsgas beim erfindungsgemäßen Ver-  
fahren in Flaschen gefüllt, die eine gegenüber der Umge-  
bungstemperatur höhere Temperatur besitzen. Es ist festge-  
stellt worden, daß durch die erfindungsgemäße Maßnahme  
in jede Flasche die jeweils fehlende Menge an Lösungsmittel  
25 vollständig eingeleitet wird und somit die Lösungsmittel-  
inhalte der einzelnen Flaschen erheblich besser aneinander  
angeglichen werden.

Dieser Effekt dürfte auf den Einfluß der Temperatur auf  
30 das freie Volumen innerhalb der Flaschen zurückzuführen  
sein. Das freie Volumen einer Flasche ist das Volumen,  
das nicht durch die aus Acetylen und dem Lösungsmittel  
bestehende Lösung eingenommen wird. Da sich die Lösung  
mit zunehmender Temperatur ausdehnt, nimmt die Lösung  
35 beim erfindungsgemäßen Verfahren ein größeres Volumen ein

1 als beim herkömmlichen Verfahren. Demzufolge ist das freie  
Volumen einer Flasche mit höherer Temperatur kleiner als  
das einer Flasche mit z.B. Umgebungstemperatur. Mit zuneh-  
mender Temperatur zweier gleichgroßer Flaschen mit unter-  
5 schiedlichen Lösungsmengen ist die relative Ausdehnung  
beider Lösungsmengen zwar gleich, das Verhältnis der freien  
Volumina in den beiden Flaschen ändert sich jedoch. Ent-  
hält eine Flasche bei Umgebungstemperatur eine größere  
Lösungsmenge als eine andere Flasche, so steigt das Verhält-  
10 nis des freien Volumens der Flasche mit der geringeren Lö-  
sungsmenge zu dem der Flasche mit der größeren Lösungsmenge  
mit zunehmender Temperatur an: Dem Verhältnis der freien  
Volumina entsprechend teilen sich die dem Flaschenbündel  
zugeführten Hilfsgasmengen und nachfolgend in erster Näherung die Er-  
15 gänzungsmengen an Lösungsmittel auf. Daher wird bei der erfindungs-  
gemäßen, gegenüber Umgebungstemperatur erhöhten Flaschen-  
temperatur einer Flasche, die im Vergleich zu einer ande-  
ren Flasche eine kleinere Lösungsmenge enthält, relativ  
mehr Lösungsmittel zugeführt als dies bei Umgebungstempe-  
20 ratur der Fall ist.

Beispiel:

Es sollen zwei gleichgroße Flaschen A und B miteinander  
25 verglichen werden. Bei Umgebungstemperatur nehme die aus  
Acetylen und einem Lösungsmittel wie Aceton bestehende  
Lösung in Flasche A 80% und in Flasche B 90% des Flaschen-  
volumens ein. Findet das Einfüllen des Hilfsgases nicht  
bei Umgebungstemperatur, sondern bei einer höheren Tempe-  
30 ratur statt, so nehmen die Lösungen ein beispielsweise  
um 10% größeres Volumen ein: In Flasche A sind demgemäß  
88% in Flasche B 99% des Volumens mit Lösung gefüllt.  
Das Verhältnis der freien Volumina bei Umgebungstempera-  
tur beträgt 2 : 1, bei der höheren Temperatur 12 : 1.  
35 In diesem Verhältnis wird anschließend das Hilfsgas

1 auf die Flaschen aufgeteilt. Das Lösungsmittel wird in erster Näherung ähnlich aufgeteilt, jedoch unterliegt die Aufteilung bekanntermaßen einer zusätzlichen Verstärkung, die durch Konzentrationsverschiebungen bedingt sind. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren, durch Temperaturerhöhung die freien Volumina der Flaschen unterschiedlich zu reduzieren, können nicht nur Lösungsmittelfehlmengen der Flaschen vollständig ergänzt, d.h. die Lösungsmittelinhalte der Flaschen einander angeglichen werden. Vielmehr ist ein "Überausgleich" möglich. Das bedeutet, einer Flasche kann durch das erfindungsgemäße Verfahren mehr Lösungsmittel zugeleitet werden, als für den reinen Angleich erforderlich wäre. Der "Überausgleich" ist besonders vorteilhaft, weil durch diesen eine Lösungsmittelreserve für den nachfolgenden Entleerungsprozeß gebildet wird. Vor dem dem Entleerungsprozeß folgenden Füllvorgang unterscheiden sich die Lösungsmittelfehlmengen weit-  
15 aus weniger, als ohne "Überausgleich". Aus diesem Grund können die Acetylenfüllmengen entsprechend erhöht werden, wodurch ein Acetylenbündel besser ausgenutzt wird.

20

Beispiel:

Die gleich großen Acetylenflaschen C und D werden miteinander verglichen. Der Flasche C fehlen 900g Lösungsmittel, der Flasche D 400g. Das Verhältnis der freien Volumina beträgt bei Umgebungstemperatur von 15 °C 1,6:1. Nach dem bekannten Verfahren wurden der Flasche C 730g Lösungsmittel, der Flasche D 400g zugeführt. Nach dem neuen Verfahren werden die Flaschen z.B. auf 50 °C erwärmt. Das Verhältnis der freien Volumina hat sich zu 2,1:1 verschoben. Dadurch erhält nun  
25 die Flasche C 950g Lösungsmittel, während der Flasche D auch wieder 400g zugeführt werden. Der Überausgleich von 50g Lösungsmittel für die Flasche C ist insofern vorteilhaft, weil diese bei der Entleerung mehr Lösungsmittel abgibt. Beim Acetylen-Füllprozeß ist mit geringeren Abweichungen bei den  
35 Lösungsmittelmengen von Flasche zu Flasche zu rechnen, der

- 1 Lösungsmittelinhalt liegt - insgesamt betrachtet - höher.  
Das Flaschenbündel kann daher höher mit Acetylen beladen werden.
- 5 Mit besonderem Vorteil wird durch das erfindungsgemäße Verfahren der Verbrauch an Hilfsgas im Vergleich zum herkömmlichen Verfahren gesenkt. Der Bedarf an Hilfsgas ist geringer, da das Hilfsgas nur das freie Volumen in den Flaschen füllt und das freie Volumen bei der erfindungsgemäßen Temperatur
- 10 kleiner ist als beim konventionellen Verfahren. Vorteilhafterweise werden dadurch auch Verunreinigungen des Acetylen durch das Hilfsgas reduziert.

In einer besonders vorteilhaften Variante des Erfindungsgedankens wird das Hilfsgas unmittelbar nach Beendigung des Acetylenfüllvorganges den durch die beim Lösen des Acetylen im Lösungsmittel freiwerdende Lösungswärme auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur erwärmten Flaschen zugeführt.

20

Beim bisherigen Verfahren wurde nach dem Acetylenfüllvorgang und vor dem Einfüllen des Hilfsgases eine Pause eingelegt, in der alle Flaschen eines Bündels dieselbe Temperatur, nämlich Umgebungstemperatur annehmen konnten. Im Unterschied dazu

25 wird in dieser erfindungsgemäßen Variante Hilfsgas unmittelbar nach dem Acetylenfüllvorgang in die Flaschen geleitet. Zu diesem Zeitpunkt liegt die Temperatur der Flaschen über der Umgebungstemperatur. Es hat sich als sehr vorteilhaft erwiesen, zum Ergänzen des Lösungsmittels die beim Acetylenfüllvorgang freiwerdende Lösungswärme, d.h. die durch die Lösungswärme verursachte höhere mittlere Temperatur der Flaschen zu nutzen, da diese Wärme stets beim Einfüllen von Acetylen in mit Lösungsmittel gefüllte Flaschen anfällt und somit kostenlos zur Verfügung steht.

1 Wegen der beträchtlichen Lösungswärme, die beim Lösen des Acetylens im Lösungsmittel frei wird, sowie der geringen Wärmeleitfähigkeit der üblicherweise im Flascheninnern vorhandenen porösen Masse wird die Flaschentemperatur erhöht, was dazu  
5 führt, daß auch der Druck im Flascheninnern höher liegt als bei Umgebungstemperatur. Auch aus Gründen der Sicherheit ist daher das erfindungsgemäße Verfahren zweckmäßig. Er ermöglicht nämlich ein rasches Befüllen der Acetylenflaschen. Das ist vorteilhaft, da nach dem Einfüllen des Acetylens in die  
10 Flaschen dessen Konzentration im Kopfbereich der Acetylenflasche besonders hoch ist und durch rasches Einfüllen des Hilfgases bzw. des Lösungsmittels die Acetylen-Lösungsmittel-Konzentration im kritischen Eingangsbereich schnell gesenkt werden kann.

15

Das erfindungsgemäße Verfahren besitzt wegen des geringen Hilfgasverbrauchs und der Möglichkeit, den Füllvorgang von Acetylenflaschen rasch durchführen zu können, einen erheblichen wirtschaftlichen Vorteil.

20

In einer weiteren Ausgestaltung des Erfindungsgedankens wird die Temperatur der Acetylenflaschen aus Sicherheitsgründen stets unter einer bestimmten Temperatur, beispielsweise unter 60 °C, gehalten.

25

Mit Vorteil wird in einer weiteren Variante der Erfindung die Flaschentemperatur durch Regeln der den Flaschen pro Zeiteinheit zugeführten Acetylenmenge geregelt.

30

35

1

5

10

Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zum gleichzeitigen Befüllen von mehreren mit Acetylen gefüllten Flaschen mit Lösungsmittel für das Acetylen, bei dem allen mit Acetylen gefüllten Flaschen gleichzeitig ein Hilfsgas, das im Lösungsmittel für das Acetylen im wesentlichen unlöslich  
20 ist, und allen mit Acetylen und dem Hilfsgas gefüllten Flaschen gleichzeitig das Lösungsmittel zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die mit Acetylen gefüllten Flaschen vor dem Einleiten des Hilfsgases auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur gebracht  
25 werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Hilfsgas unmittelbar nach Beendigung des Acetylenfüllvorganges den durch die beim Lösen des Acetylens  
30 im Lösungsmittel freiwerdende Lösungswärme auf eine über Umgebungstemperatur liegende Temperatur erwärmten Flaschen zugeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Flaschen stets unter 60°C  
35 liegt.



- 1 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Flaschentemperatur durch Regeln der den Flaschen pro Zeiteinheit zugeführten Acetylenmenge geregelt wird.

5

10

15

20

25

30